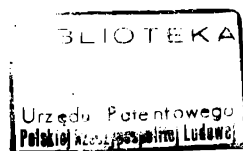


26 listopada 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



COTC 167/14

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

No 433.

Kl. 12o 21.

J. D. Riedel Aktiengesellschaft,
Berlin—Britz (Niemcy).

Metoda wytwarzania kwasów galenowych nienasyconych lub ich estrów.

Zgłoszono: 6 lipca 1920 r.

Udzielono: 12 sierpnia 1924 r.

Pierwszeństwo: 9 lutego 1918 r. (Austria).

Kwas cholowy odszczepia, jak wiadomo, przy nagrzewaniu z łatwością wodę, wytwarzając bezwodniki (Beilstein, t. I, str. 783). Okazuje się, że przy użyciu właściwych odszczepiających wodę odczynników można z kwasu cholowego otrzymywać nowe kwasy nienasycone, z których charakter najwyrazistszy posiada zwykły nienasycony kwas apocholowy. Z pomocą tegoż sposobu, przy zastosowaniu estrów kwasu cholowego, przechodzimy do odpowiednich kwasów galenowych nienasyconych.

Przykład 1.

50 g estru metylowego kwasu cholowego mieszamy z 75 g krystalicznego kwasu glikolowego aż do wytworzenia się cieczy jednorodnej. Dodajemy do tego, mieszając, 5 stopionego i dokładnie sprosz-

kowanego dwusiarczanu potasu i ogrzewamy szybko do 150°. Niebawem następuje oddzielenie się w samym płynie, przy czem oddzielają się powstające estry nienasycone, które ochładzamy i traktujemy gorącą wodą, w celu usunięcia kwasu glikolowego i dwusiarczanu potasu. Nierozpuszczalny osad nagrzewamy następnie z nadmiarem ługu sodowego, aż do utrzymania roztworu, z którego po ochłodzeniu można kwasem solnym strącić mieszaninę kwasów nienasyconych. Kwasy te odciągamy i suszymy. Aby oddzielić te kwasy od siebie, rozpuszczamy je w jednakowej na wagę ilości octu lodowatego, nagrzewając, i pozostawiamy przez noc; otrzymujemy połączenie octu lodowatego z nieznanym dotychczas kwasem apocholowym w postaci dobrze scharak-

teryzowanych igieł, które po uprzednim spiekaniu się w temperaturze 150 — 160° topnieją. Z łatwością dający się otrzymać, zapomocą odszczepienia kwasu octowego, kwas apocholowy topnieje w 173 — 176°, po uprzednim lekkim spieczeniu się.

Kwas apocholowy rozpuszcza się z trudnością w eterze, benzolu, eterze naftowym, natomiast łatwo w alkoholu.

Z ługu macierzystego kwasu octowolodowatego, zapomocą strącenia wodą, można otrzymać inne kwasy galenowe nienasycone, różniące się od kwasu apocholowego znacznie swą rozpuszczalnością w większości rozpuszczalników organicznych.

Przykład 2.

100 g kwasu cholowego rozpuszczamy, nagrzewając, w 150 g kwasu jednochlorooctowego, dodajemy 5 g drobno roztartego stopionego dwusiarczanu potasu, poczem mieszaninę, przy ciągłym mieszaniu, ogrzewamy przez czas krótki do mniej więcej 130°. Następnie ochładzamy, usuwamy kwas jednochlorooctowy i dwusiarczan, zapomocą traktowania wodą, a pozostałe nierozpuszczone, nienasycone kwasy surowe rozpuszczamy w rozcieńczonym ługu sodowym. Zakwaszenie strąca z roztworu nowy produkt w postaci bezkształtnego proszku, który po przemyciu i wysuszeniu zostaje przekrystalizowany z lodowatego kwasu octowego. Otrzymuje się w ten sposób związek lodowato-octokwasowy kwasu apocholowego w postaci dobrze scharakteryzowanych igieł, które po uprzednim spieczeniu się topnieją między 150 i 160°.

Kwas apocholowy posiada tę własność, że wchodzi z węglowodorami alifatycznymi, aromatycznymi i alocyklicznymi, tudzież ich pochodnymi, w nowe połączenia, które rozpuszczają się w rozcieńczonych alkaliach i zasadach, dając sole, i są zbudowane analogicznie do znanych, wypro-

wadzających się od kwasu desoksycholowego kwasów choleinowych (Heinrich Woland i Hermann Sorge, Hoppe—Seyler Zeitschrift für phisiol. Chem. t. 97, zesz. 8, S. 1 — 27). W związku z tem rozczyny wodne soli alkalicznych nowych kwasów nienasyconych posiadają wybitną własność rozpuszczalności względem wszelkich ciał, w wodzie nierozpuszczalnych zupełnie, lub rozpuszczalnych tylko z największą trudnością.

Przykład wytwarzania związków kwasu apocholowego.

Związek ksylolowy kwasu apocholowego. 5 g czystego kwasu apocholowego rozpuszczamy, nagrzewając, w kilkakrotnej ilości ksylolu z dodatkiem alkoholu. Stygnąc, związek ksylolowy kwasu apocholowego krystalizuje się w jednorodne graniastosłupy sześciokątne. Nie posiada on zapachu i topnieje w temperaturze 175 — 176°. W temperaturze 171° zaczyna się spiekać. Po uskuteczniomym miareczkowaniu 1/10 n. ługiem i po analizie przypada po dwie cząsteczki kwasu apocholowego na jedną cząsteczkę ksylolu. Gotowanie w rozcieńczonych ługach ponownie odłącza część ksylolu; następuje zmętnienie i jednocześnie rozchodzi się zapach ksylolu.

Związki kamforowe kwasu apocholowego. 10 g świeżego kwasu apocholowego, lub jego połączeń lodowato-octowych, rozpuszczamy, ogrzewając, w potrójnej ilości alkoholu etylowego i do gorącego roztworu dodajemy 4 g kamfory. Stygnąc, połączenie kamforowe kwasu apocholowego krystalizuje się w postaci pięknie wykształconych igieł, pozbawionych zapachu. Spiekanie rozpoczyna się w temperaturze 176°, a topnienie zachodzi w temperaturze 206 — 207°.

Kwas apocholowy, a również pochodne jego, znajdują zastosowanie w terapeutyce.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Metoda wytwarzania kwasów galenowych lub ich estrów, tem znamienna, że kwas cholowy lub jego estry, traktuje się odszczepiającami wodę środkami.

2. Metoda wytwarzania kwasu apocholeowego, tem znamienna, że kwas cholowy, lub jego estry, traktuje się środkami odszczepiającami wodę, a produkt wykry-stalizowuje się z octu lodowatego.

I. E. Riedel Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.